

22 FEB 2005

PCT/IB 03/04705

05.09.03

IB 03/04705

**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)Instituto
Mexicano
de la Propiedad
Industrial

REC'D 28 OCT 2003

WIPO PCT

COPIA CERTIFICADA

Por la presente certifico que los documentos adjuntos son copia exacta SOLICITUD DESCRIPCIÓN DIBUJOS de solicitud PATENTE. Número NL/a/2002/000026 presentada en este Organismo, con fecha 30 DE AGOSTO DE 2002.

México, D.F. 18 de agosto de 2003. "Año del CCL Aniversario del Natalicio de Don Miguel Hidalgo y Costilla, Padre de la Patria."

EL SUBDIRECTOR DIVISIONAL DE
PROCESAMIENTO ADMINISTRATIVO PATENTE.

LIC. ANGEL MARTINEZ ELENO

BEST AVAILABLE COPY

Instituto
Mexicano
de la Propiedad
Industrial



INSTITUTO MEXICANO DE
LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

Dirección Divisional de Patentes
Expediente: NL/a/2002/000226
Fecha: 30/AGO/2002 Hora: 15:53
Folio: NL/E/2002/000216

- ☒ Solicitud de Patente
☐ Solicitud de Registro de Modelo de Utilidad
☐ Solicitud de Registro de Diseño Industrial
☐ Modelo ☐ Dibujo



Uso exclusivo del IMPI

No. de expediente

No. de folio de entrada

Fecha y hora de presentación

Antes de llenar la forma lee las consideraciones generales al reverso

DATOS DEL (DE LOS) SOLICITANTE(S)

El solicitante es el inventor(*) ☐ El solicitante es el causahabiente ☒

1) Nombre (s): VITRO EUROPA LTD

2) Nacionalidad (es): SUIZA

3) Domicilio; calle, número, colonia y código postal:
Route du Mont-Carmel 1, 1762

Población, Estado y País: GIVISIEZ, SUIZA

(*) Debe llenar el siguiente recuadro

4) Teléfono (clave): (41)26 460 3000

5) Fax (clave): (41)26 460 3099

DATOS DEL (DE LOS) INVENTOR(ES)

6) Nombre (s): DR. ANTONIO PITA SZCZESNIEWSKI

7) Nacionalidad (es): MEXICANO

8) Domicilio; calle, número, colonia y código postal: Grand-Rue 13, 1700

Población, Estado y País: Fribourg, Switzerland

9) Teléfono (clave): (41)26 460-3004

10) Fax (clave): (41)26 460 3099

DATOS DEL (DE LOS) APODERADO(S)

Nombre (s): ING. Y LIC. ANGEL VELA GUZMÁN Y/O ING. MIGUEL ANGEL OLIVIER TÉNORIO, 12) R G P:
Y/O LIC. CARLOS BRINGAS VIGURI

13) Domicilio; calle, número, colonia y código postal:
AV. RICARDO MARGAIN ZOZAYA 440, COL. VALLE DEL CAMPESTRE, 66265

Población, Estado y País: GARZA GARCIA, NUEVO LEON, MÉXICO

14) Teléfono (clave): 8863-1255

15) Fax (clave): 8863-1372

16) Personas Autorizadas:

17) Denominación o Título de la Invención:

METODO PARA PREPARAR CARGAS PRE-REACCIONADAS DE MATERIAS PRIMAS PARA LA
PRODUCCIÓN DE FORMULAS DE VIDRIO.

18) Fecha de divulgación previa.

Día Mes Año

20) Divisinal de la solicitud

Número

22) Prioridad Reclamada:

País

Figura jurídica

Fecha de presentación

Día Mes Año

19) Clasificación Internacional

uso exclusivo del IMPI

21) Fecha de presentación

Día Mes Año

No. de serie

Lista de verificación (uso interno)

- ☒ Comprobante de pago de la tarifa
☒ Descripción y reivindicación (es) de la invención
☒ Dibujo (s) en su caso
☒ Resumen de la descripción de la invención
☒ Documento que acredita la personalidad del apoderado
- ☒ Documento de cesión de derechos
☐ Constancia de depósito de material biológico
☐ Documento (s) comprobatorio(s) de divulgación previa
☐ Documento (s) de prioridad
☐ Traducción

Bajo protesta de decir verdad, manifiesto que los datos asentados en esta solicitud son ciertos.

ING. MIGUEL ANGEL OLIVIER TÉNORIO

Nombre y firma del solicitante o su apoderado

MONTERREY, N.L. A 30 DE AGOSTO DE 2002

METODO PARA PREPARAR CARGAS PRE-REACCIONADAS DE MATERIAS
PRIMAS PARA LA PRODUCCION DE FORMULAS DE VIDRIO.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION,

A. CAMPO DE LA INVENCION.

- 5 Esta invención se refiere a cargas de materias primas para preparar vidrio y, más específicamente, a un método para preparar cargas pre-reaccionadas de materias primas para la producción de formulas de vidrio, a las cuales se adiciona cullet (pedacería de vidrio de reciclaje) a fin de aumentar la velocidad de procesamiento de calcinación, el grado de descarbonatación de la carga y la
- 10 formación de las estructuras cristalinas deseadas.

B. DESCRIPCION DE LA TECNICA RECLACIONADA.

- La carga para preparar vidrio fundido ha consistido, desde hace muchos años, en alimentar componentes independientes para vidrio, típicamente sílice, carbonato de sodio, carbonato de calcio, boratos, feldespato, dolomita, caolín,
- 15 etc., en proporciones que van de acuerdo a la formulación de vidrio deseada, a un horno de fundición a temperaturas que varían de 1400 a 1600°C.

Estas cargas típicas incluyen materias primas que tienen diferentes puntos de fusión y reaccionan a diferentes temperaturas bajo diferentes condiciones de operación.

- 20 Durante el proceso de fusión de las materias primas, se llevan a cabo muchas reacciones diferentes en el horno de fusión del vidrio que producen emisiones gaseosas en forma de burbujas que crean la necesidad de establecer una zona de refinación y acondicionamiento para la masa de vidrio fundido en el

horno, lo cual, a su vez, da por resultado una limitación del tiempo de residencia de la masa fundida, así como altas temperaturas y la necesidad de un control muy cuidadoso de las restricciones de las emisiones ambientales.

Adicionalmente, las altas temperaturas y la naturaleza corrosiva de los
5 diversos tipos de reacciones que se llevan a cabo en el horno de fusión, tienen influencia en la vida del horno de fundición lo cual se considera siempre como un aspecto importante.

La patente Norteamericana No. 3,082,102 de Cole y otros, describe un proceso para producir vidrio fundido, manteniendo la carga de vidrio a una
10 temperatura y durante un tiempo suficientes para completar la reacción química entre las partículas de los componentes, mientras la carga completa permanece en estado sólido al completar la reacción, antes de someter el vidrio en "embrión" así formado a una temperatura suficiente para fundirlo.

La patente Norteamericana No. 4,920,080 de Demarsest, describe un
15 método para pre-calentar y pre-reaccionar todas las porciones de la carga antes de la etapa de fusión, en dos porciones separadas, una primera porción de SiO_2 con Na_2CO_3 en una primera zona de pre-reacción, durante un tiempo y a una temperatura suficientes para formar un producto que consiste predominantemente de silicato de sodio, y calentar una segunda porción de SiO_2
20 con CaCO_3 en una segunda zona de pre-reacción durante un tiempo y a una temperatura suficientes para dejar el calcio libre de carbonatos.

Puede concluirse que, de los métodos discutidos en las patentes anteriormente mencionadas, se han hecho esfuerzos para proporcionar materias

primas pre-reaccionadas en las cuales los componentes gaseosos han sido ventajosamente eliminados.

Sin embargo, los métodos anteriormente discutidos tratan toda mezcla de carga a temperaturas muy cuidadosamente controladas para evitar que las reacciones que se llevan a cabo no formen una fase líquida fundida debido al peligro que representa la dificultad de manejar una carga que incluye fases sólidas y líquidas.

En la Patente Norteamericana No. 6, 358,870 de Antonio Pita y Hugo Bolio, y su correspondiente solicitud de patente Mexicana No. NL/a/2001/000043, se menciona que una carga para diferentes propósitos, principalmente para vidrio plano, vidrio para envases (vidrio soda-cálcico y borosilicato), fibra de vidrio, etc., consiste en una formula molecular que comprende diverso número de moléculas de Si, Na, Ca, Mg, Bo, etc., que pueden ser claramente aproximadas a partir de substancias naturales, minerales parcialmente tratados, o productos intermedios de minerales tratados, que incluyen sistemas moleculares de Si-Na, Si-Na-Ca, Si-Na-Mg, Si-Ca-Mg, Si-Na-Ca-Mg y mezclas de los mismos, algunos de los cuales están en la forma de substancias pre-reaccionadas y algunos de los cuales tienen que ser convenientemente pre-reaccionados en un horno de calcinación y, en cualquier caso, estos están libres de bióxido de carbono gaseoso.

Se describe además que, si se preparan diagramas de fases para diferentes sistemas moleculares de materias primas, es posible seleccionar formulas moleculares que tienen temperaturas de descomposición y/o fusión

bastante superiores a por lo menos 1000°C, por debajo de las cuales no solo no se forma vidrio fundido o fase líquida, sino que también puede llevarse a claramente cabo la liberación del bióxido de carbono, las cuales son seleccionadas de puntos invariantes o de puntos en una línea que conecta
5 puntos invariantes de diagramas de fases de dichos sistemas moleculares, y combinarlas para llegar o aproximarse a la fórmula molecular del vidrio deseada, completando ésta mediante sílice pura cuando sea necesario.

Se menciona también que algunos de los mencionados diagramas de fase pueden encontrarse en las publicaciones de K. A. Shahid & F. P. Glosser
10 "Phase equilibria in the glass forming region of the system $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{MgO}-\text{SiO}_2$ " (Equilibrio de fases en la región de formación de vidrio del sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{MgO}-\text{SiO}_2$) publicada en *Physics and Chemistry of Glasses* Vol. 13 No. 2 Abril 1972; y de G. W. Morey y N. L. Bowen, "Corner of system $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2$ " (Esquina del sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2$) publicada por la Soc. Glass Technol.,
15 9pp. 232, 233 (1925).

Dicha patente menciona que el objetivo que se busca, es saturar el sodio, calcio y en general todos los elementos de la fórmula de vidrio, que son manejados con materias primas que contienen CO_2 , para proporcionar la fórmula molecular de vidrio específica o por lo menos una mejor aproximación
20 de la fórmula molecular, completando el resto mediante suministro de arena sílice.

897437A

De esa forma, se considera que es posible proporcionar una carga pre-reaccionada de materias primas para una formula molecular de vidrio especifica que:

4. Es muy estable;
- 5 5. Se funde más rápido y mejor;
6. No produce burbujas debido a la descomposición de los componentes de CO_2 contenidos en las materias primas tradicionales;
4. Reacciona o funde por arriba de los 1000°C ;
5. Es preparada mediante calentamiento de materias primas típicas y su
- 10 reacción como una mezcla sólida-sólida que es descarbonatada entre 840°C y 870°C ;
6. Permite la posibilidad de mejorar la calidad del vidrio y/o incrementar el régimen de producción y/o reducir la entrada térmica así como reducir las condiciones de temperatura en el horno;
- 15 7. Permite la posibilidad de reducir las emisiones al medio ambiente;
8. Permite la posibilidad de incrementar la vida del horno y/o reducir el tamaño del horno para rendimientos previamente igualados.

El inventor de la presente invención, ha encontrado ahora que, si se adiciona cullet en la formulación, ya sea a granel o formando aglutinados,

20 sorpresivamente se obtienen las siguientes ventajas:

1. Se incrementa sorprendentemente la velocidad de procesamiento de calcinación;

2. Se mejora el grado de descarbonatación de la mezcla prácticamente al doble que cuando no se utiliza el cullet; y
3. Se presenta un impacto significativo en la formación de las estructuras cristalinas deseadas, ya que su uso permite la formación de, en su mayor parte, de silicato de sodio y calcio ($\text{Na}_2\text{CaSi}_3\text{O}_9$).

Las anteriores ventajas se comprobaron mediante los análisis de difracción de rayos X realizados a las muestras de pruebas que se llevaron a cabo en tres campañas.

El mecanismo por el cual el cullet permite las mejoras mencionadas en lo que antecede, en el proceso, no es del todo conocido, pero se considera que se puede explicar por el hecho de que haya una mejor transferencia de calor del cullet hacia los reactivos que se encuentran aglomerados en briquetas formadas con las formulaciones y que permiten una mejor difusión del calor, permitiendo la formación de las especies buscadas acelerando la reacción sólido-sólido.

SUMARIO DE LA INVENCION.

Es por lo tanto un objetivo principal de la presente invención, proporcionar un nuevo método para la preparación de cargas pre-reaccionadas de materias primas para la producción de formulas de vidrio, que comprende agregar cullet, antes de someterse a calcinación, a cantidades estequiométricas de substancias que contienen sistemas moleculares de sílice-sodio, sílice-sodio-calcio, sílice-sodio-magnesio, sílice-calcio-magnesio, sílice-sodio-calcio-magnesio y mezclas de los mismos, que tienen temperaturas de reacción que no forman fase líquida, que son seleccionadas de puntos invariantes o de puntos en una línea que

conecta puntos invariantes de diagramas de fases de dichos sistemas moleculares, para completar o aproximarse a una formula molecular de vidrio deseada,

5 Es también un objetivo principal de la presente invención, proporcionar un método para la preparación de cargas pre-reaccionadas de materias primas para la producción de formulas de vidrio, de la naturaleza anteriormente mencionada, en el cual, mediante la adición de cullet a las cargas antes de someterlas a calcinación, se incrementa sorprendentemente la velocidad de procesamiento de calcinación.

10 Es aún un objetivo principal de la presente invención, proporcionar un método para la preparación de cargas pre-reaccionadas de materias primas para la producción de formulas de vidrio, de la naturaleza anteriormente mencionada, mediante el cual, por la adición de cullet, a las cargas, antes de someterlas a calcinación, se mejora el grado de descarbonatación de la mezcla prácticamente
15 al doble que cuando no se utiliza el cullet.

20 Es un objetivo principal adicional de la presente invención, proporcionar un método para la preparación de cargas pre-reaccionadas de materias primas para la producción de formulas de vidrio, de la naturaleza anteriormente mencionada, mediante el cual, por la adición de cantidades seleccionadas de cullet, antes de someterlas a calcinación, se presenta un impacto significativo en la formación de las estructuras cristalinas deseadas, ya que su uso permite la formación de, en su mayor parte, de silicato de sodio y calcio.

Estos y otros objetos y ventajas del método para la preparación de cargas pre-reaccionadas de materias primas para la producción de formulas de vidrio, de la presente invención se harán aparentes de la siguiente descripción detallada de la invención, que se proporciona como modalidades específicas de la misma.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS.

Las Figuras 1 a 8 son diagramas del tiempo de residencia contra la temperatura del horno y el contenido de CO₂, de las pruebas llevadas a cabo con los siguientes sistemas moleculares: Na-Ca-5Si; Na-Ca-5Si (sílice de fundición); Na-Mg-4Si; Na-Mg-4Si (sílice de fundición); Na-3Ca-6Si; Na-3Ca-6Si (sílice de fundición); Na-3Ca-6Si (sílice de fundición); y Na-2Ca-3Si, y en donde:

La Figura 1 muestra el perfil de tiempo de residencia en un horno vs la temperatura del horno y % CO₂ en muestra pre-reaccionada. Sistema NSBK-6, Material: 1N: 0.9S;

La Figura 2 muestra el perfil de tiempo de residencia en un horno vs la temperatura del horno y % CO₂ en muestra pre-reaccionada. Sistema NSBK-7, Material: 1N: 1C: 5S;

La Figura 3 muestra el perfil de tiempo de residencia en un horno vs la temperatura del horno y % CO₂ en muestra pre-reaccionada. Sistema NSBK-7, Material 1N: 1C: 5SF;

La Figura 4 muestra el perfil de tiempo de residencia en un horno vs la temperatura del horno y % CO₂ en muestra pre-reaccionada. Sistema NSBK-3.1, Material: 1N: 1M: 4S;

La Figura 5 muestra el perfil de tiempo de residencia en un horno vs la temperatura del horno y % CO₂ en muestra pre-reaccionada. Sistema NSBK-3A.1, Material: 1N: 1M: 4SF;

La Figura 6 muestra el perfil de tiempo de residencia en un horno vs la temperatura del horno y % CO₂ en muestra pre-reaccionada. Sistema NSBK-2, Material: 1N: 3C: 6S;

La Figura 7 muestra el perfil de tiempo de residencia en un horno vs la temperatura del horno y % CO₂ en muestra pre-reaccionada. Sistema NSBK-2A, Material: 1N: 3C: 6SF; y,

La Figura 8 muestra el perfil de tiempo de residencia en un horno vs la temperatura del horno y % CO₂ en muestra pre-reaccionada. Sistema NSBK-2B, Material: 1N: 2C: 3S.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION.

En su aspecto más general, el método para preparar cargas pre-reaccionadas de material primas, con bajo contenido de bióxido de carbono, para la producción de formulas de vidrio, de la presente invención, comprende:

mezclar cantidades estequiométricas de sustancias seleccionadas de minerales naturales, minerales parcialmente tratados o productos intermedios de los mismos, que contienen sistemas moleculares de sílice-sodio, sílice-sodio-calcio, sílice-sodio-magnesio, sílice-calcio-magnesio, sílice-sodio-calcio-magnesio y mezclas de los mismos, que tienen temperaturas de reacción y de liberación de CO₂, por debajo de 1000°C, que no forman una fase líquida a tales temperaturas; que son seleccionadas de puntos invariantes o de puntos en una

línea que conecta puntos invariantes de diagramas de fases de dichos sistemas moleculares, para completar o aproximarse a una fórmula de vidrio deseada;

adicionar cantidades seleccionadas de cullet a la carga; y

calcinar la carga para obtener las cargas pre-reaccionadas de materias

5 primas, para usarse en fórmulas de vidrio.

Por conveniencia, la mezcla preparada, con el cullet adicionado, se somete a aglomeración, formando briquetas, que son sometidas posteriormente a calcinación.

La selección de los sistemas moleculares a partir de puntos invariantes en los diagramas de fases, fueron tomados en base a la fórmula molecular del vidrio deseada, como sigue:

1. Sistema Molecular Si-Na : SiNa

2. Sistema Molecular Si-Na-Ca : $\text{Si}_3\text{Na}_2\text{Ca}_2$

Si_3NaCa_2

Si_6NaCa_3

Si_5NaCa

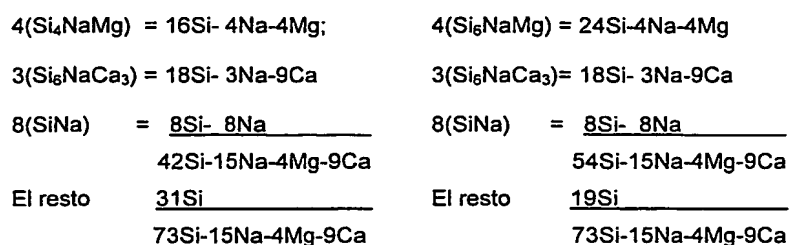
3. Sistema Molecular Si-Na-Mg : $\text{Si}_{12}\text{NaMg}_5$

Si_6NaMg_2

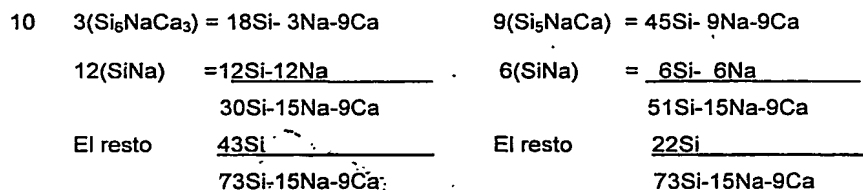
Si_4NaMg

Si_6NaMg

Para una fórmula molecular para vidrio plano que comprende $\text{Si}_{73}\text{Na}_{15}\text{Ca}_9\text{Mg}_4$, los sistemas moleculares seleccionados fueron:



Para una formula de envases de vidrio sílico-cálcico que comprende $\text{Si}_{73}\text{Na}_{15}\text{Ca}_9$, el sistema molecular seleccionado fue:



Para la selección de los sistemas moleculares, se llevaron primeramente a cabo Análisis de Pruebas Diferenciales (Differential Test Analysis DTA) y Análisis Térmico-Gravimétricos (Thermal Gravimetric Analysis) a fin de verificar que la temperatura de descarbonatación y el hecho de que la temperatura de reacción de la carga total seleccionada quedaran por debajo de la temperatura de fusión.

En una segunda etapa, se llevaron a cabo pruebas en un horno de calcinación de cargas en el cual se procesaron 10 diferentes compuestos, extrayendo muestras de cada compuesto cada 5 minutos, analizando el contenido de CO_2 de la mitad de las muestras y analizando las características de la otra mitad de las muestras por medio de un aparato de difracción de rayos X

y, de los resultados, se seleccionaron 3 de los compuestos más importantes para las formulaciones de vidrio.

En una tercera etapa, se llevaron a cabo pruebas en un horno de calcinación piloto, produciendo 2 toneladas de compuestos pre-descompuestos y pre-reaccionados, durante 48 horas, extrayendo muestras cada 30 minutos, analizando el contenido de CO₂ de una mitad de las muestras y analizando las características de la otra mitad de las muestras por medio de un aparato de difracción de rayos X.

Y por ultimo pero no menos importante, en una cuarta etapa, se llevaron a cabo pruebas industriales, produciendo 850 toneladas de un compuesto de sodio-calcio-magnesio en un horno industrial de calcinación, mezclándolo con el resto de las materias-primas requeridas para formar una formula de carga de vidrio, e introduciendo la misma en un horno de 110 toneladas de vidrio por día, sin incrementar el régimen de producción, obteniendo los siguientes resultados durante una prueba que se corrió continuamente durante 11 días:

	TIPICA	INVENCION	DIFERENCIA
TERMIAS	92	77	15
TEPERATURA DE CORONA	1,470°C	1,420°C	50°C
TEPERATURA DEL VIDRIO (A LA SALIDA DEL HORNO)	1,170°C	1,105°C	65°C
EMISION DE PARTICULAS	0.04 Kg/Ton	0.0 Kg/Ton	0.04 Kg/Ton
NOx	7.12 Kg/Ton	3.72 Kg/Ton	3.40 Kg/Ton

Se estima que la vida del horno se incrementa por lo menos en un año.

Los Ejemplos específicos para pruebas de la segunda etapa, extrayendo muestras de cada compuesto cada 5 minutos, analizando el contenido de CO₂ en los diversos sistemas moleculares para formulaciones moleculares de vidrio, que fueron trazados respectivamente en los diagramas de las Figuras 1 a 8, fueron:

EJEMPLO 1

Se extrajeron y analizaron tres muestras para un sistema molecular que comprende Na-Ca-5Si, obteniéndose los siguientes resultados ilustrados en la

Figura 1:

Muestra #	Min.	Lectura Inicial	Lectura Final	Inicial-Final	Factor	% CaCO ₃	Factor	% CO ₂
2	5	94.4	48.2	46.2	1.1	50.82	0.43	21.85
4	15	53.4	34.6	18.8	1.1	20.68	0.43	8.89
6	25	56.8	44.2	12.6	1.1	13.86	0.43	5.96

EJEMPLO 2:

Se extrajeron y analizaron cuatro muestras para un sistema molecular que comprende Na-Ca-5Si (sílice de fundición), obteniéndose los siguientes

resultados ilustrados en la Figura 2:

Muestra #	Min.	Lectura Inicial	Lectura Final	Inicial-Final	Factor	% CaCO ₃	Factor	% CO ₂
2	5	61.2	42.0	19.2	1.1	21.12	0.43	9.08
4	15	56.4	47.4	9.0	1.1	9.90	0.43	4.26
6	25	46.0	43.2	2.8	1.1	3.08	0.43	1.32
8	35	46.0	43.8	2.2	1.1	2.42	0.43	1.04

EJEMPLO 3

Se extrajeron y analizaron siete muestras para un sistema molecular que comprende Na-Mg-4Si, obteniéndose los siguientes resultados, ilustrados en la Figura 3:

Muestra #	Min.	Lectura Inicial	Lectura Final	Inicial-Final	Factor	% CaCO ₃	Factor	% CO ₂
1	0	52.6	41.8	10.8	1.1	11.88	0.43	5.11
2	5	44.8	41.6	3.2	1.1	3.52	0.43	1.51
3	10	37.8	35.0	2.8	1.1	3.08	0.43	1.32
4	15	44.6	41.6	3.0	1.1	3.30	0.43	1.42
5	20	45.6	42.2	3.4	1.1	3.74	0.43	1.61
6	25	32.4	31.4	1.0	1.1	1.10	0.43	0.47
7	30	47.4	45.4	2.0	1.1	2.20	0.43	0.95

5

EJEMPLO 4

Se extrajeron y analizaron nueve muestras para un sistema molecular que comprende Na-Mg-4Si (sílice de fundición), obteniéndose los siguientes resultados ilustrados en la Figura 4:

10

Muestra #	Min.	Lectura Inicial	Lectura Final	Inicial-Final	Factor	% CaCO ₃	Factor	% CO ₂
1	0	57.8	42.8	15.00	1.1	16.50	0.43	7.10
2	5	64.0	44.0	20.00	1.1	22.00	0.43	9.46
3	10	56.4	45.8	10.60	1.1	11.66	0.43	5.01
4	15	51.8	45.2	6.60	1.1	7.26	0.43	3.12
5	20	45.4	43.2	2.20	1.1	2.42	0.43	1.04
6	25	41.8	37.8	4.00	1.1	4.40	0.43	1.89
7	30	45.8	3.40	3.40	1.1	3.74	0.43	1.61
8	35	46.0	3.24	3.20	1.1	3.52	0.43	1.51
9	40	36.8	436.4	4.00	1.1	4.40	0.43	1.89

EJEMPLO 5

Se extrajeron y analizaron nueve muestras para un sistema molecular que comprende Na-3Ca-6Si, obteniéndose los siguientes resultados ilustrados en la Figura 5:

Muestra #	Min.	Lectura Inicial	Lectura Final	Inicial-Final	Factor	% CaCO ₃	Factor	% CO ₂
1	5	52.4	42.4	10.0	1.1	11.00	0.43	4.73
2	10	42.2	35.6	6.6	1.1	7.26	0.43	3.12
3	15	48.8	46.0	2.8	1.1	3.08	0.43	1.32
4	20	44.6	42.4	2.2	1.1	2.42	0.43	1.04
5	25	45.6	43.6	2.0	1.1	2.20	0.43	0.95
6	30	41.8	39.8	2.0	1.1	2.20	0.43	0.95
7	35	37.6	36.0	1.6	1.1	1.76	0.43	0.76
8	40	47.6	45.4	2.2	1.1	2.42	0.43	1.04
9	45	42.4	40.4	2.0	1.1	2.20	0.43	0.95

EJEMPLO 6

Se extrajeron y analizaron once muestras para un sistema molecular que comprende Na-3Ca-6Si (sílice de fundición), obteniéndose los siguientes resultados ilustrados en la Figura 6:

Muestra #	Min.	Lectura Inicial	Lectura Final	Inicial-Final	Factor	% CaCO ₃	Factor	% CO ₂
1	0	94.0	41.2	52.8	1.1	50.8	0.43	24.97
2	5	72.6	36.4	36.2	1.1	39.82	0.43	17.12
3	10	62.2	39.8	22.4	1.1	24.64	0.43	10.60
4	15	49.8	40.4	9.4	1.1	10.34	0.43	4.45
5	20	44.8	39.0	5.8	1.1	6.38	0.43	2.74
6	25	45.0	40.4	4.6	1.1	5.06	0.43	2.18
7	30	45.2	40.6	4.6	1.1	5.06	0.43	2.18
8	35	49.0	44.8	4.2	1.1	4.62	0.43	1.99
9	40	47.6	43.0	4.6	1.1	5.08	0.43	2.18
10	45	46.6	43.0	3.6	1.1	3.96	0.43	1.70
11	50	46.0	42.6	3.4	1.1	3.74	0.43	1.61

EJEMPLOS 7 y 8

Finalmente, se extrajeron y analizaron once y ocho muestras para los sistemas moleculares que comprenden Na-3Ca-6Si (sílice de fundición) y Na-2Ca-3Si, obteniéndose los siguientes resultados ilustrados en las Figuras 7 y 8.

Para comprobar los efectos de la adición de cullet a la mezcla de materias primas para la preparación de las cargas pre-reaccionadas, se llevaron a cabo tres campañas de experimentaciones formando briquetas de materias primas, la primera y la tercera, sin adición de cullet y en la segunda, en las pruebas 8 y 9, para una formulación de tres partes de SiO₂, 2 partes de Na₂O, y una parte de CaO mas una pequeña cantidad de la formulación, compuesta por tres partes de SiO₂, una parte de Na₂O y dos partes de CaO, (identificada como 3:2:1 + 3:1:2), fue en la que se agregó aproximadamente un 20% en peso de cullet, observándose los siguientes resultados:

Tabla 1

Tiempo a Temperatura	Prueba 8 Temp °C CO ₂ %	Prueba 9 Temp °C CO ₂ %	Prueba 10 Temp °C CO ₂ %	Prueba 11 Temp °C CO ₂ %
75	877 0.75	875 0.55	875 5.86	877 3.24
90	885 0.78	875 0.75	879 2.75	885 2.64
105	893 0.61		875 3.26	876 1.66
120	873 0.61		879 2.55	874 1.12

Tabla 2

Análisis químico y Mineral de la Formula de Vidrio 5.1.1 Campaña 1

Prueba No. Corrida de Briqueta No.	Nombre de PDF#	Ángulo 2- Teta	1	2	3
			1	1	2
SiO ₂ , % Cuarzo	33-1161	26.6°	~25-35%	~25-35%	~25-35%
Na ₄ CaSi ₃ O ₉	37-0282	48.2°	Trazas	Trazas	Trazas
Na ₂ Ca ₂ Si ₂ O ₇	10-0016	33.0°, 49.6°	Trazas.	Trazas.	Trazas.
Na ₂ CaSi ₃ O ₈	12-0671	48.6°	Menor	Subord.	Menor
CaO Cal	37-1497	37.3°, 53.9°	Trazas-menor	Trazas-menor	Trazas-menor

Las Categorías son Mayor, Subordinado (Subord.) Menor, Trazas, y No Detectado (ND)
El enunciado de la hilera proporciona la formula, nombre o PDF, y No., y el Ángulo 2-Teta del pico que fue medido

Tabla 3

Análisis químico y Mineral de la Formula de Vidrio 3.2.1 + 3.1.2 Campaña 2

Prueba No. Corrida de Briqueta No.	Nombre de PDF#	Ángulo 2- Teta	8 1	9 1	10 1
SiO ₂ , % Cuarzo	33-1161	26.6	~1.3%	~2.0%	~5.0%
Na ₂ CaSi ₃ O ₈	37-0282	33.5°, 48.2°	Mayor	Mayor	Mayor
Na ₂ Ca ₂ Si ₂ O ₇	10-0016	33.0°, 49.6°	Subord.	Subord.	Subord.
CaCO ₃	05-0586	29.3°	Menor	Menor	Menor
Na ₂ CO ₃	37-0451	30.2°	ND	ND	Trazas
CaO Cal	37-0497	37.3°, 53.8°	ND	ND	ND
Vidrio Amorfo			ND	ND	ND

5

Tabla 4

Análisis químico y Mineral de la Formula de Vidrio 5.1.1 + 1.1 Campaña 3

Prueba No. Corrida de Briqueta No.	Nombre de PDF#	Ángulo 2- Teta	16 Prod 2	17 Prod 2	18 Prod 4
SiO ₂ , % Cuarzo	33-1161	26.6	~28%	~34%	~35%
Na ₂ CaSi ₃ O ₈	37-0282	33.5°, 48.2°	Menor	Menor	Menor
Na ₂ Ca ₂ Si ₂ O ₇	10-0016	33.0°, 49.6°	Trazas.	Trazas	Menor.
Na ₂ CaSi ₃ O ₈	12-0671	48.6°	Menor	Menor	Menor
CaCO ₃	05-0586	29.3°	Trazas	ND	Trazas
Na ₂ CO ₃	37-0451	30.2°	Menor	Trazas	Trazas
CaO Cal	37-1497	37.3°, 53.8°	ND	ND	Trazas
Vidrio Amorfo			ND	ND	ND

10 Los resultados de la Tabla 1 demuestran el efecto benéfico sorprendente que tiene el cullet tanto en la velocidad de procesamiento de calcinación y el grado de descarbonatación de la carga (quedando con un contenido de entre 1 y 0.5% de CO₂), puesto que permite la penetración del calor dentro de la briqueta de mezcla de materias primas que es absorbido hacia el centro de las

15 briquetas, dando como resultado una reacción más completa de los componentes de la mezcla. Además, en dichas pruebas 8 y 9, se logró mantener los niveles de bióxido de carbono, por debajo de la meta del 1%.

Estos datos llevaron al Inventor a definir los límites de desempeño aproximados de las cantidades de cullet que conviene adicionar la mezcla de materias primas, entre un 5 y 25% en peso, y aglommerarla antes de someterla a calcinación

- 5 Por lo que respecta al grado de formación de las estructuras cristalinas deseadas, los resultados de la tabla 3, para la campaña en la que se utilizó el cullet, en comparación con los resultados de las tablas 2 y 4, demuestran la formación de las estructuras cristalinas $\text{Na}_4\text{CaSi}_3\text{O}_9$ y $\text{Na}_2\text{Ca}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ deseadas.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar cargas sintéticas pre-reaccionadas, con bajo contenido de bióxido de carbono, para la producción de formulas de vidrio, que comprende las etapas de:

- 5 a) mezclar materias primas, minerales, minerales parcialmente tratados, productos o compuestos intermedios de los mismos, que contienen sistemas moleculares de sílice-sodio, sílice-sodio-calcio, sílice-sodio-magnesio, sílice-calcio-magnesio, sílice-sodio-calcio-magnesio y mezclas de los mismos, en cantidades estequiométricas seleccionadas de uno o más puntos invariantes o
- 10 puntos en una línea que conecta puntos invariantes de diagramas de un diagrama de fases;

b) adicionar cullet a la mezcla de materias primas, a fin de aumentar la velocidad de procesamiento de calcinación, el grado de descarbonatación de la carga y la formación de las estructuras cristalinas deseadas; y

- 15 c) calcinar la mezcla a una temperatura de reacción que no forma fase líquida y que libera el CO_2 para producir dicha carga sintética pre-reaccionada que satura completamente el sodio, sodio y calcio, o el sodio, calcio y magnesio de una formula molecular de vidrio.

- 20 2. El Método de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual se agrega arena sílice a la carga pre-reaccionada para completar el contenido de sílice de la formula de vidrio.

3. El Método de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual se adiciona de aproximadamente 5 a 25% en peso de cullet, a la mezcla de materias primas, antes de someter la mezcla a calcinación.

4. El Método de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual la mezcla de
5 materias primas se aglomera con el cullet antes de someterla a calcinación.

5. El Método de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual se forman
briquetas con la mezcla de materias primas y cullet, antes de someterse a
calcinación.

6. El Método de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual el contenido de
10 bióxido de carbono en las cargas pre-reaccionadas está entre 1 y 0.5% en peso.

RESUMEN DE LA INVENCION.

Un método para preparar cargas sintéticas pre-reaccionadas de materias primas, con bajo contenido de bióxido de carbono, para la producción de formulas de vidrio, que comprende: mezclar cantidades estequiométricas de

5 substancias que contienen sistemas moleculares de sílice-sodio, sílice-sodio-calcio, sílice-sodio-magnesio, sílice-calcio-magnesio, sílice-sodio-calcio-magnesio y mezclas de los mismos, que tienen temperaturas de reacción que no forman fase líquida, que se seleccionan de puntos invariantes o de puntos en una línea que conecta puntos invariantes de diagramas de fases de dichos

10 sistemas moleculares, para completar una formula molecular deseada; adicionar cullet a la mezcla; y calcinar la mezcla a una temperatura de reacción que no forma fase líquida y que libera el CO_2 .

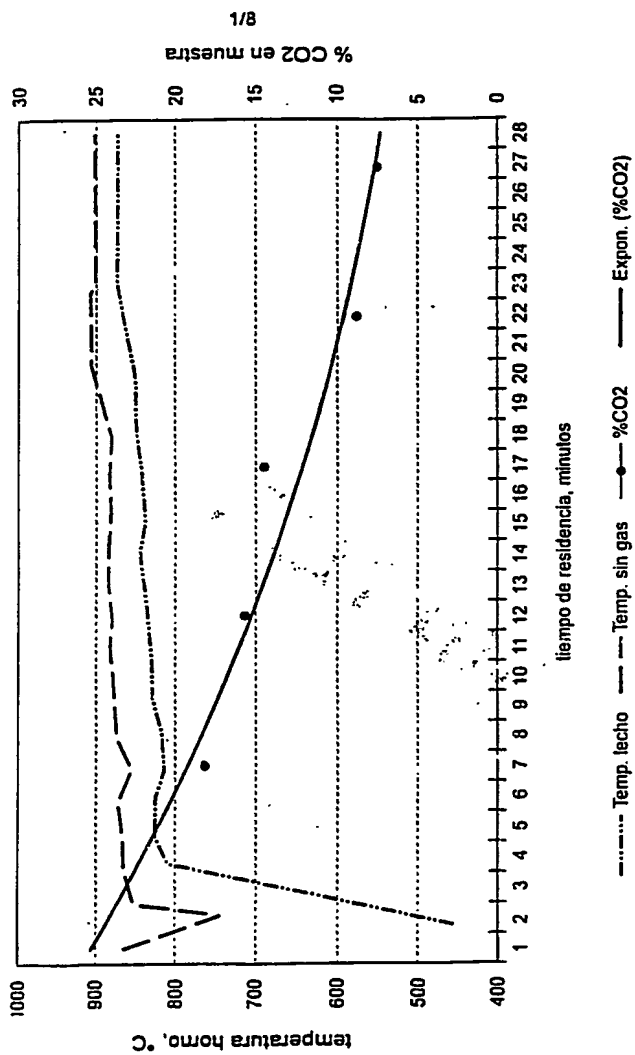


FIGURA 1

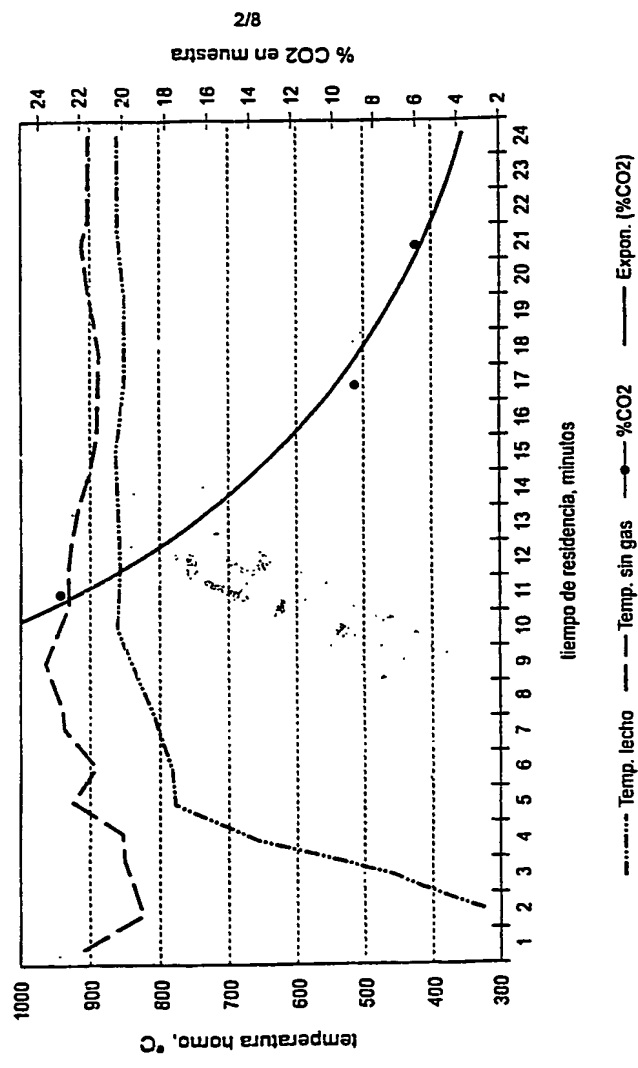


FIGURA 2

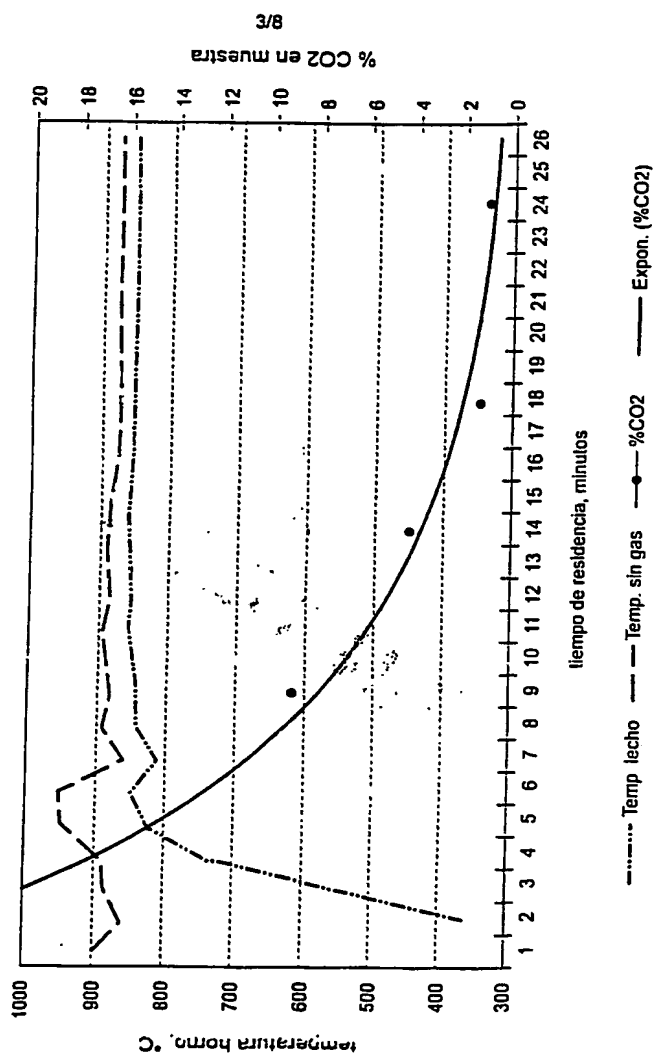


FIGURA 3

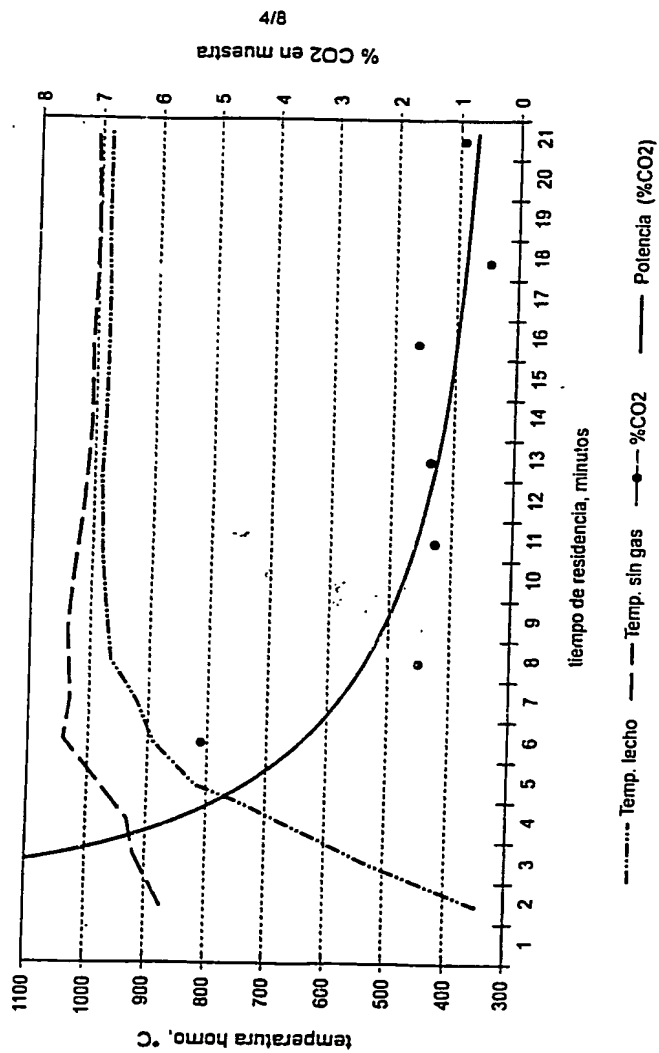


FIGURA 4

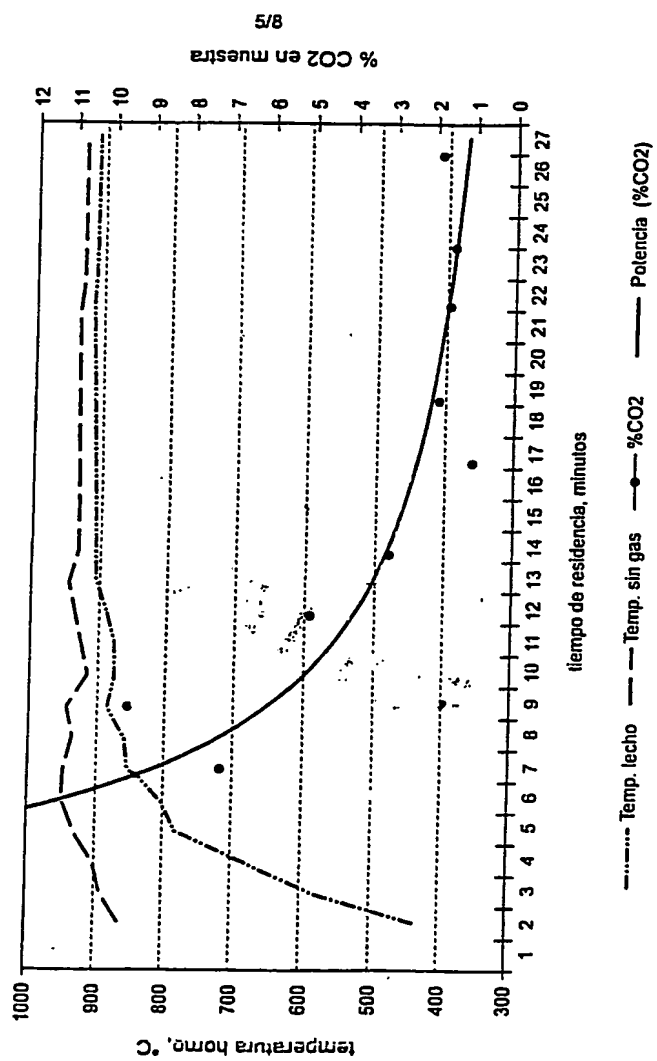


FIGURA 5

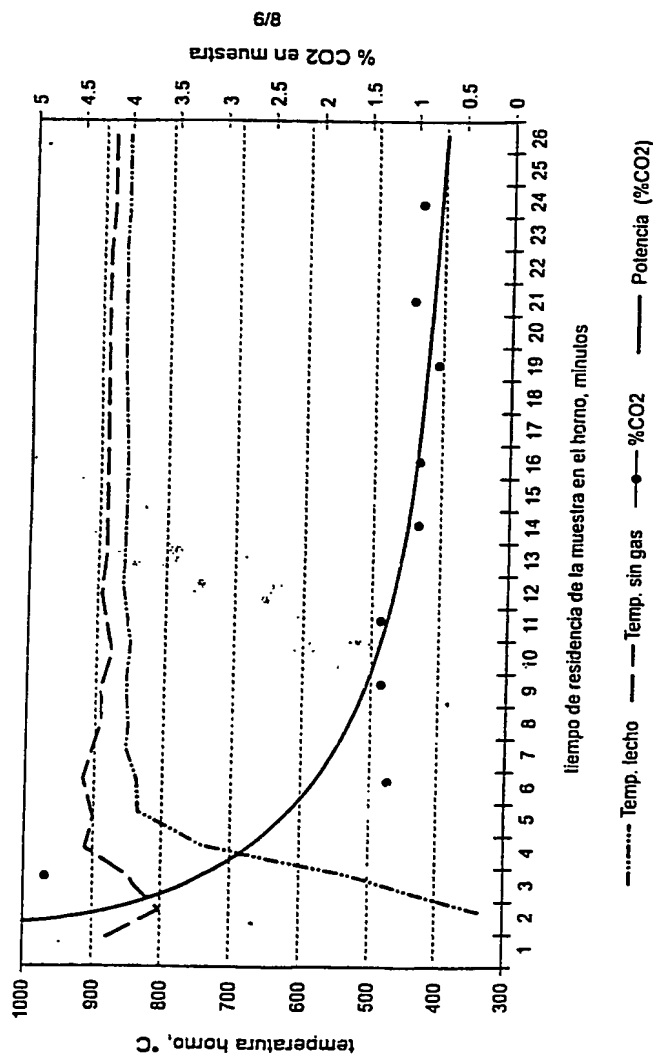


FIGURA 6

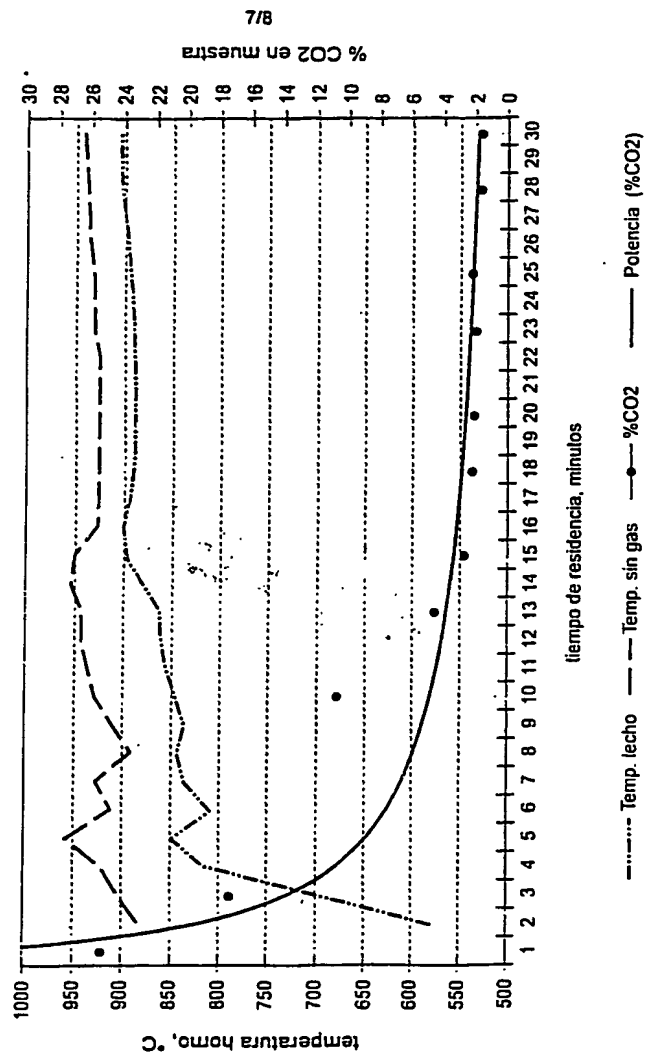


FIGURA 7

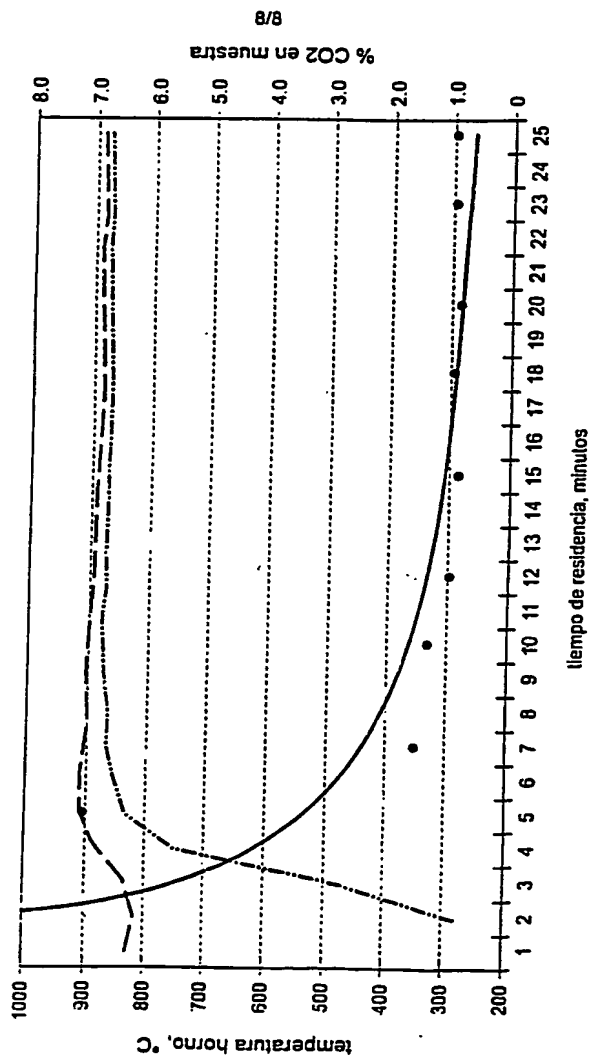


FIGURA 8

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.